

XP-002326752

(C) WPI/Derwent

AN - 1979-33908B [18]

CPY - NIDE

DC - L03 M22

FS - CPI

IC - C22C1/04 ; C22C27/02

MC - L03-B03 M22-H03B

PA - (NIDE ) NIPPON ELECTRIC CO

PN - JP54037009 A 19790319 DW197918 000pp

PR - JP19770104614 19770830

XIC - C22C-001/04 ; C22C-027/02

AB - J54037009 The Al powder is added in amt. of 0.1-4.64 wt.% and the sintering is carried out at 727-1337 degrees C. The process reduces the sintering temp. by using Al powder of lower m.pt. A capacitor made of Ta material sintered at  $\geq 1498$  degrees C has breaking electric voltage is 50-55 volts. The value is decreased to 28-55 volts using this process.

IW - PRODUCE TANTALUM SINTER BODY LOW TEMPERATURE ADD SPECIFIC AMOUNT

ALUMINIUM POWDER PRIOR SINTER

IKW - PRODUCE TANTALUM SINTER BODY LOW TEMPERATURE ADD SPECIFIC AMOUNT

ALUMINIUM POWDER PRIOR SINTER

NC - 001

OPD - 1977-08-30

ORD - 1979-03-19

PAW - (NIDE ) NIPPON ELECTRIC CO

TI - Prodn. of tantalum sintered body at low temp. - by adding specific amt. of aluminium powder prior to sintering

⑨日本国特許庁  
公開特許公報

⑩特許出願公開  
昭54—37009

⑪Int. Cl.<sup>2</sup> 識別記号 ⑫日本分類 庁内整理番号 ⑬公開 昭和54年(1979)3月19日  
C 22 C 1/04 10 A 61 7109—4K  
C 22 C 27/02 1 0 3 10 F 24 6411—4K 発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭タンタル焼結体の製造方法

東京都港区芝五丁目33番1号  
日本電気株式会社内

⑮特 願 昭52—104614

⑯発 明 者 金森克

⑰出 願 昭52(1977)8月30日

東京都港区芝五丁目33番1号

⑱発 明 者 荒井吉夫

日本電気株式会社内

東京都港区芝五丁目33番1号

同

日本電気株式会社内

東京都港区芝五丁目33番1号

日本電気株式会社内

同

森本晃一

⑲出 願 人 日本電気株式会社

東京都港区芝五丁目33番1号

東京都港区芝五丁目33番1号

日本電気株式会社内

⑳代 理 人 弁理士 内原晋

同

木崎誉志

明 細 書

発明の名称 タンタル焼結体の製造方法

特許請求の範囲

タンタル粉末にアルミニウム粉末を添加し、混合、成形後、焼結してなる焼結体の製造工程において、アルミニウム粉末を0.1重量%～4.64重量%添加し、727℃以上1337℃以下の温度で焼結することを特徴とするタンタル焼結体の製造方法。

発明の詳細な説明

本発明は低温度で焼結体の製造可能なタンタル焼結体の製造方法に関するものである。

従来のタンタル焼結体の製造方法は、ソーダ還元法、あるいは電子ビーム溶解法で作製されたタンタル粉末を顆粒化処理を行なった後、バインダを入れ、低密度に圧粉成形し、真空中高温度で焼結を行なうことによって製造されている。すなわち

タンタルは融点が高いため、焼結が充分進行するよう通常1500℃～2000℃の温度で真空焼結して製造されている。このため、成形体を低温度で真空焼結を行なっても焼結が不充分でコンデンサとして使用できない。また、高温度で焼結すると焼結体の表面積が減少するし、炉材あるいはヒータの消耗などによる維持費が増大するなどの欠点を有する。

本発明の目的は、かかる欠点を除去した低温度で真空焼結して焼結体を製造できる方法を提供することにある。すなわち本発明は、タンタル粉末にアルミニウム粉末を添加し、成形、真空焼結してなるタンタル焼結体の製造工程において、アルミニウム粉末を0.1～4.64重量%添加し、720℃～1337℃の温度で焼結することを特徴とするもので、以下実施例について具体的に説明する。

実施例

タンタル粉末に対し、0.05、0.1、0.216、0.464、1.0、2.15、4.64、10.0重量%

## 特開 昭54-37009 (2)

のアルミニウム粉末を秤量、混合した後、バインダを入れ、圧粉成形した。成形体を727℃、827℃、937℃、1058℃、1191℃、1337℃、1498℃、1676℃、1870℃、2085℃の温度で1時間真空焼結した。焼結体を5%硝酸水溶液にアンモニア水を添加してpH7程度の中性溶液中で100Vの電圧で陽極酸化(化成)して誘電体皮膜上に硝酸マンガンを含浸して400℃で5分熱分解し二酸化マンガン層を形成する工程を3回行なう途中において、再度3回の陽極酸化した後、グラファイト、銀ペースト等の陰極材料を付着させコンデンサを作製した。表は各コンデンサのアルミニウム添加量と焼成温度に対する破壊電圧の挙動を示す。

(以下余白)

Al (重量%)	0.05	0.100	0.216	0.464	1.00	2.15	4.64	10.0
727							28	30
827				36	43	40	36	33
937		38	42	46	53	54	45	36
1058	31	41	48	51	50	51	47	40
1191	38	53	50	52	51	53	51	45
1337	42	50	51	50	55	54	50	48
1498	54	51	55	54	51	51	53	50
1676	53	52	53	51	50	50	52	52
1870	51	50	51	55	50	52	54	54
2085	50	53	52	51	54	53	51	50

表において、斜線の部分は焼結体が破壊したため固体化できなかった。表で明らかなように、アルミニウム添加量を0.05重量多では1498℃以上の高温で焼結を行なわないと破壊電圧50V以上のものが得られないが、アルミニウムを4.64重量多添加することにより、1191℃の温度で焼結を行なっても破壊電圧50V以上のものが得られた。すなわち、アルミニウムを添加することにより、破壊電圧50V以上の絶縁が表に示すような低温度においても可能になった。これは融点の低いアルミニウム粉末をタンタル粉末に添加することにより焼結温度を下げて焼結が充分行なわれたことが明らかである。

また、1498℃以上の焼結温度で焼結を行なったコンデンサは全部破壊電圧50V以上であるが、高温で焼結を行なうため本発明の工業的意味は失われる。

以上の実施例に示されたように本発明はタンタル焼結体の焼結温度を下げる上で効果がある。

代理人 弁理士 内原 晋

## 手 続 補 正 書(自発)

昭和 年 月 日

## 特 許 庁 長 官 殿

1. 事件の表示 昭和 52 年 特 許 願 第 104614 号
2. 発明の名称 タンタル焼結体の製造方法
3. 補正をする者

事件との関係

出 願 人

東京都港区芝五丁目33番1号

(423) 日本電気株式会社

代表者 田 中 忠 雄

## 4. 代 理 人

東京都港区芝五丁目33番1号

日本電気株式会社内

(6591) 弁理士 内 原

電話 東京(03)454-1111(大代表)

特 許 庁

5. 補正の対象 明細書

6. 補正の内容 別紙全文補正明細書のとおり。

発明の名称 タンタル焼結体の製造方法

代理人 弁護士 内原 晋

## 特許請求の範囲

タンタル粉末にアルミニウム粉末を添加し、混合、成形後、焼結してなる焼結体の製造工程において、アルミニウム粉末を0.1重量%～10.0重量%添加し、1058℃以上1337℃以下の温度で焼結することを特徴とするタンタル焼結体の製造方法。

5

10

## 発明の詳細な説明

本発明は低温度で焼結体の製造可能なタンタル焼結体の製造方法に関するものである。

従来のタンタル焼結体の製造方法は、ソーダ還元法、あるいは電子ビーム溶接法で作製されたタンタル粉末を顆粒化処理を行なった後、バインダを入れ、低密度に圧粉成形し、真空中高温で焼結を行なうことによって製造されている。すなわ

15

ちタンタルは融点が高いため、焼結が充分進行するような通常1500℃～2000℃の温度で真空焼結して製造されている。このため、成形体を低温度で真空焼結を行なっても焼結が不充分でコンデンサとして使用できない。また、高温で焼結すると焼結体の表面積が減少するし、炉材あるいはビータの消耗などによる維持費が増大するなどの欠点を有する。

本発明の目的は、かかる欠点を除去した低温度で真空焼結して焼結体を製造できる方法を提供することにある。すなわち本発明は、タンタル粉末にアルミニウム粉末を添加し、成形、真空焼結してなるタンタル焼結体の製造工程において、アルミニウム粉末を0.1～10.0重量%添加し、1058℃～1337℃の温度で焼結することを特徴とするもので、以下実施例について具体的に説明する。

## 実施例

タンタル粉末に対し、0.05, 0.1, 0.216, 0.464, 1.0, 2.15, 4.64, 10.0, 15.0重量%

のアルミニウム粉末を秤量、混合した後、バインダを入れ、圧粉成形した。成形体を727℃, 827℃, 937℃, 1058℃, 1191℃, 1337℃, 1498℃, 1676℃, 1870℃, 2085℃の温度で1時間真空焼結した。焼結体を5%硫酸水溶液にアンモニア水を添加してpH7程度の中性溶液中で100Vの電圧で陽極酸化(化成)して誘電体皮膜上に硝酸マンガンを含浸して400℃で5分熱分解し二酸化マンガンを形成する工程を3回行なう途中において、再度3回の陽極酸化した後、グラファイト、銀ペースト等の陰極材料を付着させコンデンサを作製した。

5

10

表は各コンデンサのアルミニウム添加量と焼成温度に対する破壊電圧の挙動を示す。但し、アルミニウムの添加量を10.0重量%を超え15.0重量%程度まで増加させると、良好な多孔質体が得られず、コンデンサが作製できなかったため、表からは除外してある。

15

Al (%) 温度 (℃)	0.05	0.100	0.216	0.464	1.00	2.15	4.64	10.0
727							28	30
827				36	41	40	36	33
937		38	42	46	53	54	45	36
1058	31	41	48	51	50	51	47	40
1191	38	53	50	52	51	53	51	45
1337	42	50	51	50	55	54	50	48
1498	54	51	55	54	51	51	53	50
1676	53	52	53	51	50	50	52	52
1870	51	50	51	55	50	52	54	54
2085	50	53	52	51	54	53	51	50

特開昭54-37009(4)

表において、斜線の部分は焼結体が破損したため固体化できなかった。従て明らかなように、アルミニウム添加量を0.05重量%では1337℃以上の高温で焼結を行なわないと破壊電圧40V以上のものは得られないし、機械的強度も不充分であった。しかし本発明を実施してアルミニウムを0.1～10.0重量%添加することにより、1058℃の温度で焼結を行なっても破壊電圧40V以上のものが得られ、機械的強度もまた充分な値を示した。すなわち、アルミニウムを添加することにより、破壊電圧40V以上の範囲が表に示すような低温においても可能になった。これは融点の低いアルミニウム粉末をタンタル粉末に添加することにより焼結温度を下げてても焼結が充分行なわれるようになったことを示している。

また、1498℃以上の焼結温度で焼結を行なったコンデンサの破壊電圧は全てのものが40V以上の値を示すが、高温で焼結を行なうため本発明の工業的意味は失われる。

以上の実施例に示されたように本発明はタンタ

ル焼結体の焼結温度を下げる上で効果がある。

代理人 井理士 内 原 晋